

Xf 3444

4

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-216030

(43)公開日 平成6年(1994)8月5日

(51)Int.Cl.<sup>5</sup>

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

H 0 1 L 21/205

審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 6 頁)

(21)出願番号 特願平4-49711

(22)出願日 平成4年(1992)3月6日

(71)出願人 000005016

バイオニア株式会社

東京都目黒区目黒1丁目4番1号

(71)出願人 591014950

天野 浩

愛知県名古屋市長区神丘町2丁目21 虹  
ヶ丘東団地19号棟103号室

(71)出願人 591283084

赤崎 勇

愛知県名古屋市長区浄心1丁目1番38-  
805

(74)代理人 弁理士 石川 泰男 (外1名)

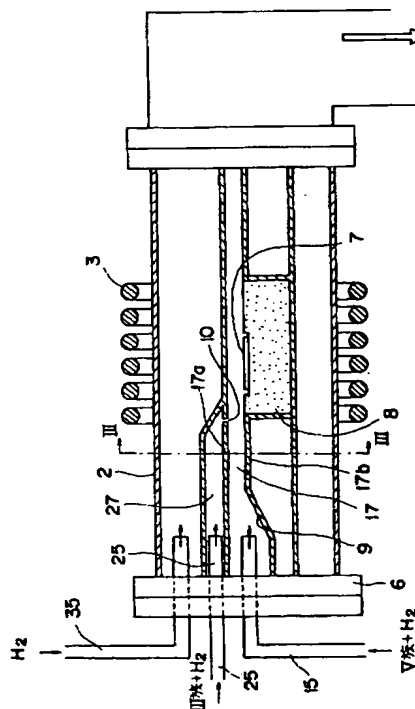
最終頁に続く

(54)【発明の名称】 化合物半導体気相成長装置

(57)【要約】

【目的】 例えば、 $\text{NH}_3$  と  $\text{TMG}$ 、 $\text{TMA}$  等の原料ガスを用いる系において、結晶基板上に成膜する組成の均一性に優れ、しかも再現性にも優れる化合物半導体気相成長装置を提供する。

【構成】 複数のフローチャネルの断面形状は、略四角形状をなし、近接するフローチャネルは基板近傍の直前で、2種以上の原料ガスによる積層流が形成できるような連通孔により連結されるように構成した。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 結晶基板を収納する筒状の反応容器と、該反応容器に連通され、結晶基板上に堆積する化合物の元素を含む複数の原料ガスを、それぞれ独立に結晶基板近傍まで導く複数のフローチャネルとを有し、前記複数のフローチャネルの断面形状は、略四角形状をなし、近接するフローチャネルは基板近傍の直前で、2種以上の原料ガスによる積層流が形成できるような連通孔により連結されていることを特徴とする化合物半導体気相成長装置。

【請求項2】 前記連通孔は、近接するフローチャネルの隔壁を、流れ方向に対して直交する方向に伸びるスリットであることを特徴とする請求項1記載の化合物半導体気相成長装置。

【請求項3】 前記連通孔は、近接するフローチャネルの隔壁を、流れ方向に対して直交する方向に線状に伸びる複数の細孔から形成されていることを特徴とする請求項1記載の化合物半導体気相成長装置。

【請求項4】 基板に最も近い第一のフローチャネルの中には、過剰の第一のガスが供給され、該第一のフローチャネルに隣接する第二のフローチャネルの中には基板上に形成される結晶の成長速度を律する第二のガスが供給され、これらのガス流速の比、第一のガス流速 $V_1$ ／第二のガス流速 $V_2$ は、5～200となるように設定されていることを特徴とする請求項1ないし請求項3のいずれかに記載の化合物半導体気相成長装置。

【請求項5】 前記第一のガスの中には原料ガスとしてのアンモニア( $NH_3$ )を含み、前記第二のガスの中には原料ガスとしてのトリメチルガリウムまたはトリメチルガリウムとトリメチルアルミニウムとの混合ガスを含むことを特徴とする請求項4記載の化合物半導体気相成長装置。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、結晶基板上に形成される化合物半導体結晶の組成の均一性および再現性の向上を図るために設計された化合物半導体気相成長装置に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 MOCVD (Metalorganic Chemical Vapor Deposition) は、化合物半導体の代表的気相成膜法のひとつであり、このものは膜厚や組成の制御が可能であり、かつ生産性にも優れていることから、代表的III-V族化合物半導体であるGaAsの結晶成長などに広く用いられている。

【0003】 III-V族のMOCVDの場合、一般にV族原料が過剰に供給された雰囲気において結晶成長が行われることが多い。そして、この場合の結晶の成長速度は、III族原料の供給量に比例する。

【0004】 また、III-V族の中でGa<sub>2</sub>NやAlGa

N等の窒化物半導体は短波長発光素子として研究されている材料系であり、 $NH_3$  やトリメチルガリウム (TMG)、トリメチルアルミニウム (TMA) を原料に使ったMOCVDによる研究例が多く報告されている。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】 しかしながら、このような原料を用いた系では、 $NH_3$  とTMG、TMAとが室温において反応するため（特に、 $NH_3$  とTMAとの反応は顕著）、原料供給に際して、予めこれらの原料を混合して、このものを反応装置内に導くようにすると、結晶基板上に成膜する組成が均一にならず、再現性もよくないという問題がある。この問題は、AlGa<sub>2</sub>N混晶などの場合に特に顕著である。

【0006】 このような問題を解決するために、特開昭61-202422号では、原料ガスをそれぞれ個別に反応域（結晶基板上の成長領域）に供給する旨の提案がなされている。しかし、単に個別に供給し、反応域で混ぜるだけでは原料ガスに過剰の発生や流れに乱れが生じ、結晶基板上に均一に結晶成長させることは困難である。一方、特開昭61-186288号には原料ガスの流れを考慮した角型反応管が開示されている。しかし、このものでも上記の問題点を解消させることは困難である。

【0007】 本発明はかかる実情に鑑み創案されたものであって、その目的は、 $NH_3$  とTMG、TMA等の原料ガスを用いる系において、結晶基板上に成膜する組成の均一性に優れ、しかも再現性にも優れる化合物半導体気相成長装置を提供することにある。

## 【0008】

【課題を解決するための手段】 上記の課題を解決するために、本発明は、結晶基板を収納する筒状の反応容器と、該反応容器に連通され、結晶基板上に堆積する化合物の元素を含む複数の原料ガスを、それぞれ独立に結晶基板近傍まで導く複数のフローチャネルとを有し、前記複数のフローチャネルの断面形状は、略四角形状をなし、近接するフローチャネルは基板近傍の直前で、2種以上の原料ガスによる積層流が形成できるような連通孔により連結されるように構成した。

## 【0009】

【作用】 近接するフローチャネルは、基板近傍の直前で、2種以上の原料ガスによる積層流が形成できるような連通孔、例えば、流れ方向に対して直交する方向に伸びるスリットや複数の細孔から形成されているので、スリット等を通じたガスが混入しても乱れない積層流れが形成され、これによって、結晶基板上に成膜する組成は均一性に優れ、しかも再現性に優れる膜が得られる。

## 【0010】

【実施例】 以下、本発明の化合物半導体気相成長装置の第一実施例を図1～図5を参照して説明する。この実施

例では、2つのフローチャネルを用いた場合を例にとっている。

【0011】図1に示されるように本発明の装置1は、中央に大きく示されている円筒状の反応容器2と、この容器2内に収納され、原料ガスを導くための2つの第一および第二のフローチャネル17、27と、これらのフローチャネル17、27に連通する原料ガス供給パイプ15、25を有している。そして、これらの供給パイプ15、25はそれぞれ図示しない原料ガス容器に接続されている。

【0012】前記反応容器2は、例えば、石英材料から形成され、その外周部には後述するサセプタ8を加熱するためのRFコイル3が巻かれている。前記第一のフローチャネル17は断面四角形状、すなわち、図2および図3に示されるように4つの上下左右の隔壁17a、17b、17c、17dを有している。図1において上方の隔壁17aは、一部、第二フローチャネル27の下面をも形成している。そして、この隔壁17aには、スリット10が形成され第一のフローチャネル17内を流れる第一のガスと、第二のフローチャネル27内を流れる第二のガスとが合流するようになっている。スリット10は、図2および図5に示されるようにフローチャネルの隔壁を、流れ方向に対して直交する方向に線状に長く切り欠いた長穴形状をなし、その長さW1は後述する結晶基板の幅W2よりも大きくされる。下方の隔壁17bの略中央部分には結晶基板7が配置され、その基板7を搭載するようにグラファイトサセプタ8が置かれる。さらに下方の隔壁17bの上流側には第一のガスが滑らかにサセプタ8に導入されるべくランプ部9が形成されている。第二のフローチャネル27は、図3に示されるようにこれもまた4つの上下左右の隔壁27a、27b(17aと共通)、27c、27dを有する断面四角形状をなし、その先端は、スリット10からガスがでやすくなるようにスリット10を過ぎたところで封止される(図1)。このような第一のフローチャネル17および第二のフローチャネル27はそれぞれの幅W3が略同一で、かつサセプタの幅W4よりも大きく設定される。このようなW1~W4の幅設定により幅方向にも均一な組成の結晶を安定に成長させることができる。

【0013】前記反応容器2の上流側および下流側の端面には、それぞれ、フランジ6および16が連結される。そして、フランジ6には、前述のごとく第一および第二の原料ガス供給パイプ15、25が、第一および第二のフローチャネル17、27と連通されるように設置される。さらに、フランジ6にはフローチャネル17、27の外周域に水素を流すための水素供給パイプ35が設けられる。一方、下流側のフランジ16には排気系が連設される。

【0014】結晶基板7に最も近い第一のフローチャネル17の中には、過剰の第一のガスが供給され、該第一

のフローチャネル17に隣設する第二のフローチャネル27の中には結晶基板上に形成される結晶の成長速度を律する第二のガスが供給され、これらのガス流速の比、すなわち第一のガス流速V1/第二のガス流速V2の値は、5~200、より好ましくは10~100となるようにガス流量およびチャネル断面積等が設定される。この値が200を越えると、第二のガスの切換え速度が遅くなりヘテロ構造を作製する際にヘテロ界面の急峻性が失われたり、第一のガスの消費量がかさむという不都合が生じ、この値が5未満となると反応容器内の圧力上昇や、連通孔近傍で乱流が生じたりするという不都合が生じる。一般に、第一のガス流速V1の流速は、50~200cm/sec程度である。

【0015】III-V族の化合物半導体、特にGaN、AlGaNの場合、第一のフローチャネル17を流れる過剰の第一のガスの中には例えば、第一の原料ガスとしてのアンモニア(NH<sub>3</sub>)とキャリアガスとしての水素(H<sub>2</sub>)が用いられ、第二のフローチャネル27を流れる第二のガスの中には、第二の原料ガスとしてのトリメチルガリウムや、トリメチルガリウムとトリメチルアルミニウムとの混合ガスと、キャリアガスとしての水素(H<sub>2</sub>)が用いられる。

【0016】II-VI族の化合物半導体、特に、ZnS、ZnSeの場合、第一のフローチャネル17を流れる第一の原料ガスとしては、H<sub>2</sub>S、H<sub>2</sub>Seが好適で、第二のフローチャネル27を流れる第二の原料ガスとしては、ジエチル亜鉛、ジメチル亜鉛が好適である。

【0017】なお、前記水素供給パイプ35からは、水素(H<sub>2</sub>)が供給され、この水素は第一および第二のフローチャネル17、27から原料ガス等の漏れがなくなるようにシールの作用をしたり、あるいは漏れで出た原料ガスの除去等をするために用いられる。

【0018】上述してきた、本発明装置の作用についてAlGaN化合物半導体を例にとって説明する。V族である窒素(N)の原料であるアンモニア(NH<sub>3</sub>)は、キャリアである水素(H<sub>2</sub>)と共に第一のフローチャネル17に供給される。

【0019】一方、III族の原料であるトリメチルガリウムとトリメチルアルミニウムとの混合ガスは、同じくキャリアである水素(H<sub>2</sub>)と共に第二のフローチャネル27に供給される。この場合、NH<sub>3</sub>は過剰雰囲気とすることが好ましいので、濃度比は当然(TMGA+TMAの濃度)<<(NH<sub>3</sub>の濃度)とし、キャリアの流量とチャネルの断面積も含めてきまる流速比は、前述したように本発明範囲内とし第一のガス流速V1を十分大きくとるようにする。このような条件とすることにより、第二のガスは、高速で流れる第一の原料ガスに吸い込まれるようにスリットを通過していく。これにより乱流を発生させず二層流が形成される。すなわち、図4に示されるようにスリットより下流側では原料ガスによる積層

流、すなわちIII族リッチの層流が形成されこの下（結晶基板7側）にはV族リッチの層流が形成される。そして、III族のガスは、V族のガスフロー中に拡散していき、1000℃以上の反応域であるサセプタ8上に達し、原料が分解して結晶基板7上に結晶が成長する。本発明の装置では、原料ガス濃度、流速等の諸条件を適合させることにより2種以上の原料ガスによる積層流が確実に形成できる。

【0020】次いで、本発明の変形例を図6～図10に基づいて説明する。図6には第二のフローチャネル27と第一のフローチャネル17との隔壁に、流れ方向に対して直交する方向に伸びるスリット10を複数（この例では、4個）設けた例が示される。スリットの数、結晶基板7の寸法及びスリットの加工精度等を考慮して適宜、決められる。

【0021】図7には第二のフローチャネル27の下流側端を開放した例が示される。この場合にも第二のフローチャネル27内を流れる原料ガスの一部はスリットから降下していき、乱流を発生させることなく二層流が形成される。

【0022】図8には第二のフローチャネルをさらに2つに分けて、2つに分かれたそれぞれのチャネル37、47についてスリット30、40を設けている。この場合には、例えば、III-V族のAlGaInの化合物半導体を作る時、III族のTMGとTMAとを各チャネル37、47毎に分けて反応域まで送ることができる。

【0023】図9には第一実施例に示されるスリットを（図9（a））、流れ方向に対して直交する方向に線状に伸びる複数の細孔Pに変えた例（図9（b））が示される。

【0024】図10には、第一のフローチャネル57に所定のテーパ、すなわち上流から下流にいくにつれ狭まるようなテーパを持たせた変形例が示される。このテーパの調整によっても化合物半導体の組成の均一性を調整できる。

【0025】次に、本発明の具体的実験例を示し、本発明をさらに詳細に説明する。図1に示されるような本発明の装置を用い、以下の手順で実験を行った。まず、結晶基板を装置内に装着した後、ロータリ真空ポンプを使用し、後部排気系より反応管内の空気を排気した後、第一のフローチャネル17にNH<sub>3</sub>原料ガスとキャリアとしての水素ガスを、第二のフローチャネル27にトリメチルガリウム原料ガスとトリメチルアルミニウム原料ガスとキャリアとしての水素ガスを導入した。この場合、スリット直前での第一のフローチャネル17を流れるガス（NH<sub>3</sub> + H<sub>2</sub>）の平均流速は110 cm/sec、第二のフローチャネル27を流れるガス（TMG + TMA + H<sub>2</sub>）の平均流速は5.0 cm/secとした。結晶基板温度を1050℃に1時間保ち、AlGaIn系の化合物半導体を気相成長させた。このように成膜

した化合物半導体の混晶比の分布を基板の位置（上流位置から下流位置）に対して測定した。測定結果を図11に示した。実線で示される分布が本発明装置により得られた化合物半導体の混晶比の分布である。比較のために、従来の装置、すなわち、フローチャネルを用いない横型常圧MOCVD装置により得られた化合物半導体の混晶比の分布を点線で示した。

#### 【0026】

【発明の効果】上記の結果より本発明の効果は明らかである。すなわち、本発明の装置の複数のフローチャネルの断面形状は、略四角形状をなし、近接するフローチャネルは基板近傍の直前で、2種以上の原料ガスによる積層流が形成できるような連通孔により連結されているので、特に、NH<sub>3</sub>とTMG、TMA等の原料ガスを用いる系において、結晶基板上に成膜する組成の均一性に優れ、しかも再現性にも優れるという効果が奏される。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の化合物半導体気相成長装置の一部を断面にした概略正面図である。

【図2】本発明の化合物半導体気相成長装置の概略断面斜視図である。

【図3】図1のIII-III矢視図である。

【図4】基板上に成膜されるIII族のガスの拡散の状態を模式的に示した図である。

【図5】フローチャネルの幅と、スリットの幅と、サセプタの幅と、基板の幅の大きさおよび位置関係を模式的に示した概略平面図である。

【図6】本発明の装置に用いるスリットを複数（この例では、4個）有する変形例を示した概略平面図である。

【図7】第二のフローチャネルの下流側端を開放した変形例を示した概略平面図である。

【図8】第二のフローチャネルをさらに2つに分けて、2つに分かれたそれぞれのチャネルについてスリットを設けた変形例を示した概略平面図である。

【図9】図9（a）は第一実施例に示されるスリットの拡大斜視図を、図9（b）は流れ方向に対して直交する方向に線状に伸びる複数の細孔に変えた変形例を示した拡大斜視図である。

【図10】第一のフローチャネルに所定のテーパを設けた変形例を示した概略平面図である。

【図11】本発明の装置および従来の装置をそれぞれ用いて成膜したAlGaIn系の化合物半導体の混晶比を基板の位置（上流位置から下流位置）に対して測定した結果を示す分布にしたグラフである。

#### 【符号の説明】

2…反応容器

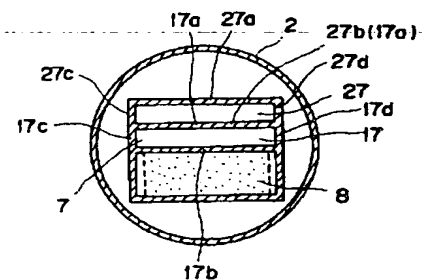
7…結晶基板

10…スリット

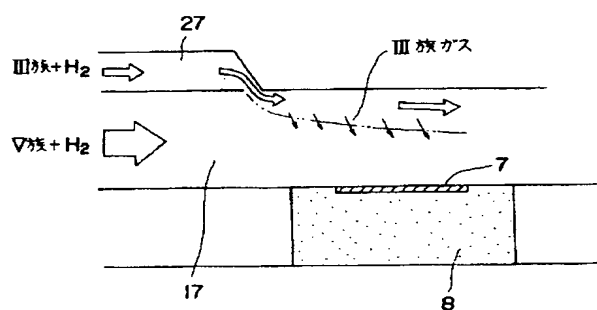
17…第一のフローチャネル

27…第二のフローチャネル

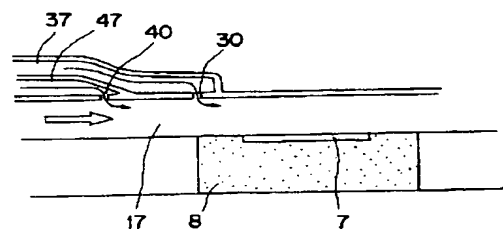
【図 3】



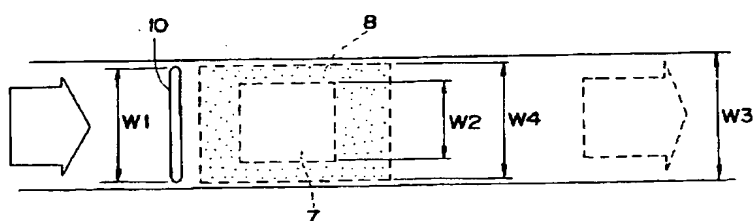
【図 4】



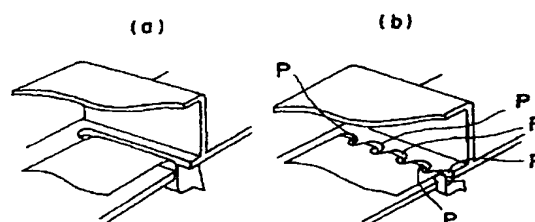
【図 8】



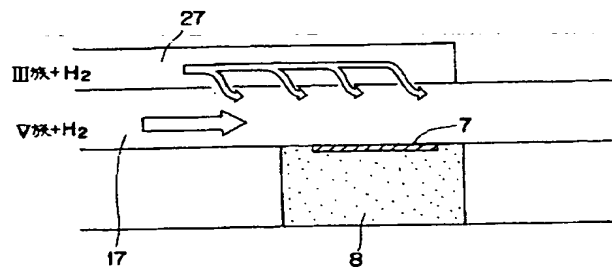
【図 5】



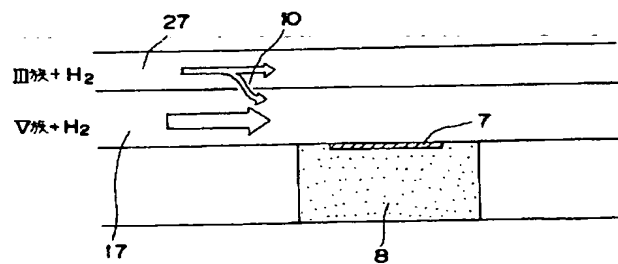
【図 9】



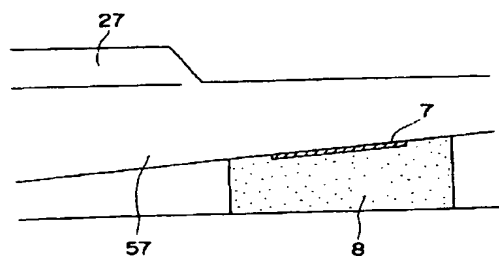
【図6】



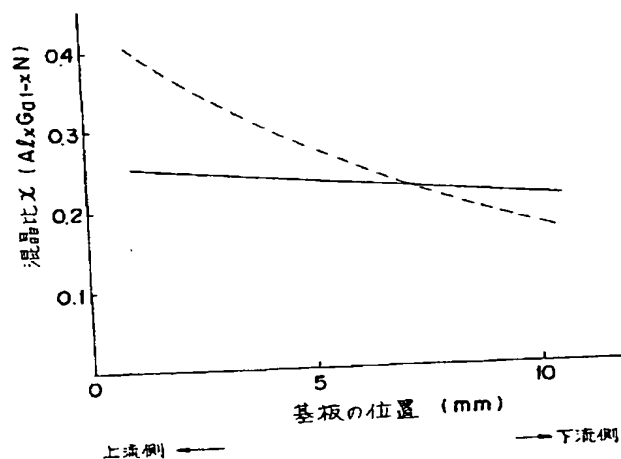
【図7】



【図10】



【図11】



フロントページの続き

(72)発明者 渡辺 温  
埼玉県鶴ヶ島市富士見6丁目1番1号 パ  
イオニア株式会社総合研究所内

(72)発明者 天野 浩  
愛知県名古屋市名東区神丘町2丁目21番地  
虹ヶ丘東団地19棟103号

(72)発明者 平松 和政  
三重県四日市市芝田1丁目4番22号

(72)発明者 赤▲崎▼ 勇  
愛知県名古屋市西区浄心1丁目1番38-  
805